Rev. CO002010

セミ分取用トヨパール充てんカラム

TOYOPEARLPAK®（ポリカーボネートカラム）

取扱説明書

東ソー株式会社

TOSOH

ご使用の前に

- 本製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
- この取扱説明書は，いつも手元においてご使用ください．
- 製品本来の使用方法および取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
- 本書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．

以上の指示を必ず厳守してください．
指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

- 取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
- 取扱説明書の全部または一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
- 取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問い合わせください．
- 取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- 「警告」「注意」の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	取扱いを誤った場合，使用者が死亡または重傷を負う可能性が想定されるもの．
⚠ 注意	取扱いを誤った場合，使用者が傷害を負う可能性が想定されるものまたは物的損害の発生が想定されるもの．

ご使用時

⚠ 警告

- **火気厳禁**
  - 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

- **換気に注意を**
  - 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．
- **液漏れに注意を**
  - 溶媒等の液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を着用し，液を取り除いてください．

⚠ 注意

• 保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

• 取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください．

• 適切な使用方法を

- 本カラムは分離，精製等に用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください．

• 圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．又，カラム部材の耐圧は2 MPaです．それ以上の圧力で使用した場合，カラムの破裂，ゲルの飛散等の可能性がありますので，規定以上の圧力にならないようにご注意ください．適切な保護具を着用し，十分注意して作業をおこなってください．

• 分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物または精製溶液を製品あるいは中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認をおこなってご使用ください．

• 処分には適切な処置を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処置をおこなってください．

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で15 分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． • 医師の手当を受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水等で洗い流す．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当を受ける．
取扱いおよび保管上の注意	火気等の注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．
	換気	• 換気設備などで換気する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は保護メガネおよび防じんマスクを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は焼却設備等で少量ずつ焼却処分をおこなう．
	一般的な留意事項等	• 処分作業は可燃物の取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．
	処分上の注意	• 焼却処分する場合DEAE−TOYOPEARLPAK®650Sおよび650Mは窒素酸化物ガス，SP−TOYOPEARLPAK®650Sおよび650Mは硫黄化合物ガスを発生するので排ガス対策をおこなう．

□充てん剤：可燃性充てん剤（ビニル共重合物）

□出荷溶媒：蒸留水（0 ℃付近で凍結の可能性がありますので保存温度に注意してください）

目　次

1. はじめに…… 1
2. ご使用の前に…… 1
3. カラム各部の名称…… 1
4. 装置への接続と注意事項…… 1
5. 溶媒の選択…… 6
6. 使用流速…… 7
7. 試料溶液の調製…… 8
8. 理論段数の測定法…… 8
9. トラブル発生時の処置法…… 9
10. 保証…… 10

2008年4月改訂
2008年2月改訂

1．はじめに

TOYOPEARLPAK®（ポリカーボネートカラム）は，工業用あるいは中速液体クロマトグラフィー（FFLC）用に開発された充てん剤，TOYOPEARL®イオン交換クロマトグラフィー用充てん剤（IEC Type），疎水クロマトグラフィー用充てん剤（HIC Type）をポリカーボネートカラムに充てんしたカラムです．このカラムは実験室での分取や，大規模な分離精製をおこなうための検討用に適しています．

このカラムの性能を効果的に発揮させるために，この取扱説明書をご熟読の上，正しくご使用ください．

2．ご使用の前に

まず，梱包状態およびカラムの外観に異常がないかお確かめください．

つぎに，カラムと一緒に下記の書類が入っておりますのでご確認ください．

取扱説明書（本書）…… 1通

3．カラム各部の名称（図1）

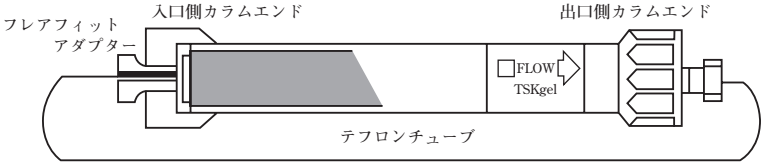


図1　カラムの見取図

4．装置への接続と注意事項

4-1　カラム部品の接続方式

カラムと配管の接続は，フレアフィットタイプ（1/4-28UNF）のネジ込み式となっています．

装置の接続がフレアフィットタイプ以外であれば，カラムとの接続部品を用意してください．

4-2　カラムの通液方向

図1に示したネームプレートのFLOWの矢印方向で使用してください．逆方向に長時間液を流しますと，カラムの性能低下を招く恐れがあります．

4-3　フレアフィットアダプタの締付方法

カラムに接続する際には，手締めにて固定してください．液漏れがある場合にはスパナ等で軽く漏れが止まるまで増締めしてください．強く締めすぎますと液が流れなくなったり，カラムエンド部が破損する恐れがあります．

4-4　気泡の混入防止

カラムを装置にセットする際または取りはずす際には，カラム内に空気を入れないように必ず装置の全配管系を通液洗浄により気泡を除いてください．

カラム内に気泡を入れますとチャネリング等により性能低下を引き起こします．長時間カラムを使用しない場合，カラム内に気泡が発生することがあるので，少なくとも1ヶ月に1度はカラム内に通液して保存してください．

4-5　装置への接続

先ず出口側カラムエンドに装置送液配管を接続しポンプを起動して溶媒で入口側カラムエンド付近の気泡を押し出してください．
（このとき，急激な加圧や送液は，カラムの性能低下を起こすことがありますので，溶媒は1.0 mL/min以下で送液してください．）

このようにして入口側カラムエンドより気泡が出ないことおよび溶媒がにじみ出ることを確かめた後，正常な通液方向に接続してください．尚，接続する検出器によっては，配管抵抗によるカラム背圧力が高くなることがありますので分取用のセルに交換するか，流速を下げてご使用ください．（カラムの耐圧は，約2.0 MPaです．）

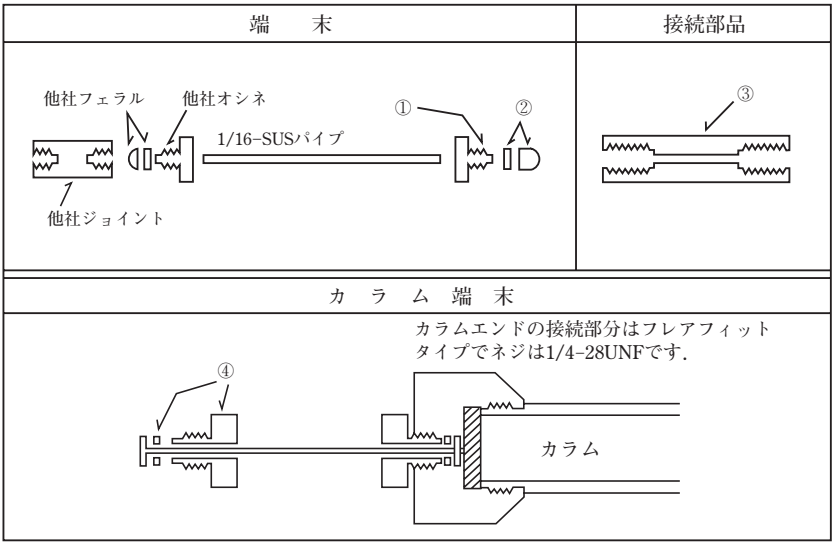
分取用の検出器でも配管の内径が小さいときは，カラム背圧力が高くなることがありますのでご注意ください．

物質確認を目的とする場合，カラムと装置の接続には1/16インチリードパイプ（テフロンチューブ）を用いますが，デッドボリュームを少なくするためリードパイプの長さを短くし，更に内径0.5 mm程度のものをご使用ください．また，分取目的には，内径の大きいテフロンチューブもご使用いただけます．

4-5-1　HPLC装置との接続

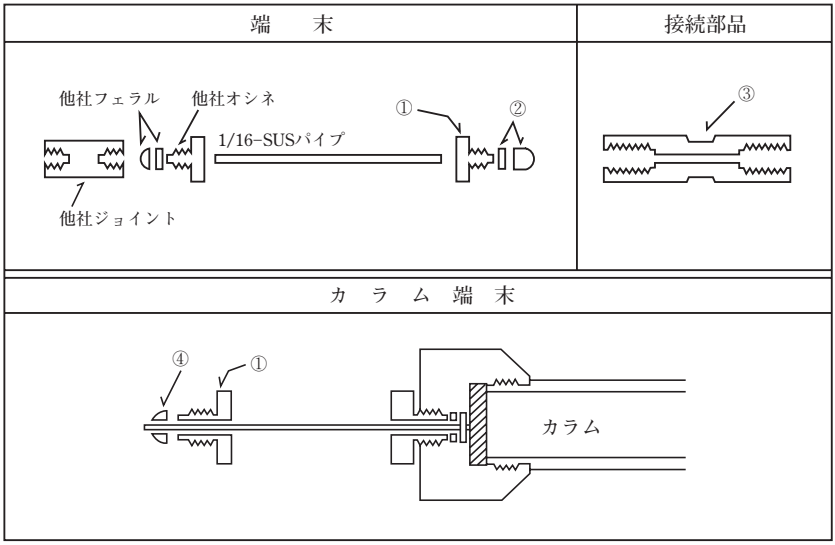
TOYOPEARLPAK®（ポリカーボネートカラム）はHPLC装置と次のように接続することができます.

接続例（1）



番号	品　　名	材　質	品番	荷　姿
①	1/16″オシネ	SUS	6160	1袋（5個）
②	1/16″フェラル	SUS	6164	1袋（10組）
③	S-Tユニオン	SUS	7540	1個
④	フレアフィットアダプター (1/4−28UNF) 1/16″インチテフロン管用	テフロン	6810	1袋（10組）
④′	フレアフィットアダプター (1/4−28UNF) 2 mmφテフロン管用	テフロン	6811	1袋（10組）
④″	フレアフィットアダプター (1/4−28UNF) 1/8″インチテフロン管用	テフロン	6812	1袋（10組）
④‴	フレアフィットアダプター (1/4−28UNF) 2.5 mmφテフロン管用	テフロン	7235	1袋（5組）

接続例（2）



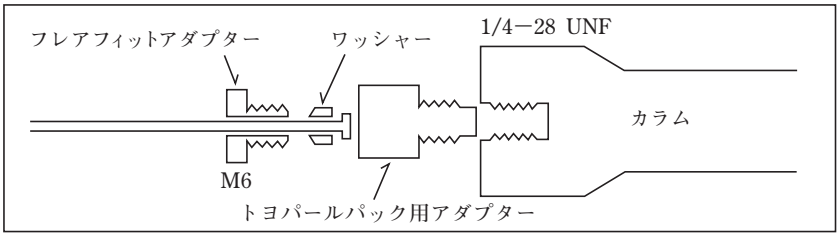
番号	品　　名	材　質	品番	荷　姿
①	1/16″オシネ	SUS	6160	1袋（5個）
②	1/16″フェラル	SUS	6164	1袋（10組）
③	1/16″オシネユニオン	SUS	6163	1個（5個）
④	1/16″テフロンフェラル	テフロン	6628	1袋（10個）

接続例（2）において，①，②，③を接続する場合，手で液もれがしない程度に締めてください．あまり強く締めるとテフロン管をつぶしてしまうおそれがあります．また④のテフロンフェラルを②のSUSフェラルに変えることが可能ですが，この場合も強く締めるとテフロン管を切るおそれがありますので十分ご注意ください．

4-5-2　中低圧用装置との接続

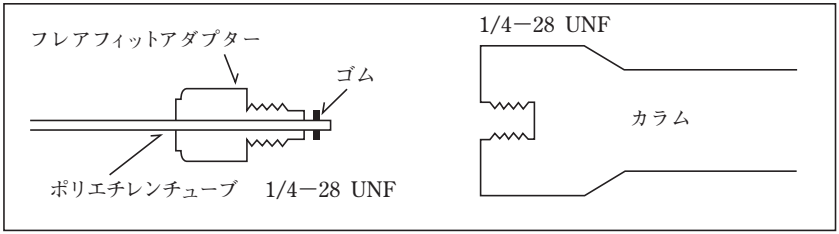
• FPLC装置（A社）

FPLC装置の端末（フレアフィットアダプター）とTOYOPEARLPAK®（ポリカーボネートカラム）を接続する場合，トヨパールパック® 用アダプター（品番：18217）をご使用ください．



• B社のガラスカラム用配管（フレアフィットアダプター）

直接TOYOPEARLPAK®（ポリカーボネートカラム）に接続できます．ゴムを2枚重ねにしますとさらに耐圧性が増加します．



4-6　操作開始前

送液開始の際，急激な加圧はカラムの性能低下を招きますので避けてください．特に急激な圧力の立ち上がりを起こす送液ポンプは使用しないでください．

HPLC用の測定システムに接続する場合は，まずカラムを接続せずにバイパスさせて直接検出器に接続し，予定使用流速でどの程度圧力がかかるか調べてください．

圧力が約2.0 MPa以上となる場合は，使用流速を下げる必要があります．

4-7　操作終了後

操作終了時は，ポンプが止まり液の流出が完全に停止するまでは装置，カラムおよび検出器の接続部をはずさないでください．送液が停止しないうちに装置からカラムをはずしますと急激な圧力変動がカラムにかかり，カラムの性能劣化の原因となります．

○操作が終了し，翌日も同一カラム系で使用される場合

全配管系の漏れがなければ，装置にカラムをセットしたままで翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用まで3日以上ある場合には以下の操作をおこないカラムを保存してください．

①塩水溶液の置換

全配管系を，脱気した蒸留水またはイオン交換水で十分洗浄してください．洗浄の流速は，1 mL/min（Sグレード），3 mL/min（Mグレード）以下で，洗浄に要する液量は，カラム容積分と配管系を置換する為に必要な量以上（カラム容積の3倍以上）の置換をおこなってください．

②短期保存の場合（3日～1週間）

再使用までの期間が比較的短い場合には脱気した蒸留水に置換後，カラムと検出器との接続をはずし，フレアフィットアダプターを付けた接続チューブを出口側カラムエンドに取り付け，蒸留水を送液します．チューブから蒸留水が流れ出せばポンプを止め，カラムを送液システムからはずし出口側カラムエンドに付けた接続チューブの他端を入口側カラムエンドに接続し，完全に封をしてください．

③長期保存の場合

再使用までの期間が長期にわたる場合には，カラム各シール部分からの蒸留水の漏れによってカラム内に気泡が混入する恐れがあります．②方法で完全に封をした後，定期的にカラム表面の観察をおこない，カラム内への空気の混入を防いでください．

④保存方法

直射日光を避け，なるべく一定温度で凍結の恐れのない所で保存してください．

5．溶媒の選択

カラムは蒸留水溶媒で出荷されています．使用溶媒に置換する場合の流速は，1 mL/min（Sグレード），3 mL/min（Mグレード）程度でおこなってください．頻繁な溶媒交換はカラム性能が低下します．

5-1　使用可能なpH範囲

下記範囲内のpHでご使用ください．

DEAE-TOYOPEARL® 650：　pH 2.0～12.0
CM-TOYOPEARL® 650：　pH 2.0～12.0
SP-TOYOPEARL® 650：　pH 2.0～12.0
Butyl-TOYOPEARL® 650：　pH 2.0～12.0

アルカリでの長時間の使用は避けてください．アルカリでの使用後は十分に洗浄をおこない，アルカリ成分を流してください．

5-2　溶媒選択の注意事項

○溶媒の粘度

粘度の高い溶媒を用いるときは，圧力損失が大きくなり，カラムの劣化原因となりますので，最大許容圧力以下の流速でご使用ください．

○溶媒中の不純物

ゴーストピークの原因となりますので，溶媒は純度の高い試薬を用いて調製してください．

○試料の溶解

試料が完全に溶解する溶媒を選択してください．試料が完全に溶解していないものを注入すると，配管内やカラム内でつまり，充てん剤やカラム性能の劣化原因となります．

○有機溶媒の添加

カラム材質は，ポリカーボネートを使用しています．ポリカーボネートを変質させる恐れのある有機溶媒は添加しないでください．

（アセトン，アセトニトリル，THF，DMF，アンモニア溶液等使用不可）

（エタノール：20 %以下使用可能）

○脱気操作

脱気が不十分で気泡が発生しカラムに混入した場合，カラム劣化の原因となる恐れがありますので溶離液は十分脱気をおこなってください．カラム内で僅かな量の気泡が発生した場合には十分に脱気した溶媒（蒸留水）を流すことで回復します．

6．使用流速

使用流速は，分離能，測定時間およびカラムの耐久性などを考慮して選択します．流速が高い程測定に要する時間は短くなりますが，トップオフ現象（カラムの入口側に隙間の空く現象）の危険を伴います．カラムの耐久性の面からは流速の低いほうが有利となります．

表1に示した適正流速でご使用ください．最大流速以上，最大圧力以上でのご使用は避けてください．また，適正流速は20 ℃蒸留水を基準としていますので使用温度・溶媒による粘度変化に応じて変更することが必要です．

表1　使用流速

品　　名	適正流速 (mL/min)	最大流速 (mL/min)	最大圧力 (MPa)
DEAE-TOYOPEARLPAK® 650S CM-TOYOPEARLPAK® 650S SP-TOYOPEARLPAK® 650S Butyl-TOYOPEARLPAK® 650S	3～5	8	2.0
DEAE-TOYOPEARLPAK® 650M CM-TOYOPEARLPAK® 650M SP-TOYOPEARLPAK® 650M Butyl-TOYOPEARLPAK® 650M	5～10	15	2.0

これらの流速は，約20 ℃の蒸留水または蒸留水に近い粘性を持つ水溶液での使用流速です．

7．試料溶液の調製

試料溶液は溶離液を用いて調製してください．試料溶液中に不溶解分やゲル分がある場合は，遠心分離やマイクロポアフィルタによるろ過精製を必ずおこなってください．肉眼では見ることができなくても，不溶解成分が存在する可能性があります．

○試料溶液の組成

試料液の塩濃度，pH等は溶離液にあわせてください．特に試料注入量が多い場合は必要です．

グラジエント溶出をおこなう場合は，初期溶離液にあわせてください．また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入出来ませんのでご注意ください．

8．理論段数の測定法（カラムのチェック）

理論段数は装置，試料等測定する条件によって異なります．ここでは蒸留水（溶離液）でのアセトンの理論段数計算を測定例として示します．

(測定条件)

○溶 離 液　脱気水：純水を加熱脱気(＞60 ℃)あるいは，超音波減圧脱気して使用．

検定試料　アセトン（1％）：試料特級のアセトンを脱気水に体積％で溶解，

検定条件　（測定条件）

流速　　：8.0 mL/min（2 cm/min）

試料注入量　：500 μL

検定（UV）　：254 nm

○理論段数（N）の求め方

半値幅法による理論段数計算

アセトンの溶出位置（tR：mm）とアセトンのピーク幅（$W_{1/2}$：mm）から以下の式により求めます．

$$N=5.54\ (tR/W_{1/2})^2$$

9．トラブル発生時の処置法

トラブルが発生した場合は以下の手順にしたがってチェックし，適切な処置をおこなってください．処置が適切であれば元に近い性能に回復することもあります．カラムの寿命，不可逆吸着物質や気泡の混入，乾燥，凍結等が原因の場合には，再生が難しいのでカラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

9-1　分離能が急激に低下した場合

8項を参考にカラムの理論段数を測定してください．ピーク形状が正常で，理論段数に変化がなければ試料に原因があると思われますので新しく試料を調製してください．もし，ピーク形状が異常であれば，カラムの性能低下と考えられます．

カラムの性能低下の場合

カラムの分離能を急激に低下させる原因としては，入口側カラムエンドへのゴミ等の詰まりやカラム入口側での隙間の発生（トップオフ）が考えられます．

①ゴミ等の除去は次の処置をおこなってください．

入口カラムエンドに詰まったゴミ等は逆洗により押し出します．ポンプ出口配管に出口側カラムエンドを接続し，通常の使用流速で送液します．しばらく通液した後，再度理論段数の測定をおこなってください．

②トップオフの修復

急激な加圧あるいは粘度変化，最高流速以上の流速がかかった場合には，トップオフを生じることがあります．

この場合，理論段数が極端に低下し，標準試料（単分散）ピークの形が大きくテーリングしたりピークが2つに割れたりします．このときは入口側カラムエンドを取りはずしてゲル面を見てください．

隙間が大きく空いていましたらそのカラムは再生不能です．隙間が大きくない場合は同じ種類のゲルを隙間に詰めてカラムエンドを取り付け，**4-5**項を参考にして気泡を取り除き，再び理論段数を測定してください．理論段数の回復が十分でない場合，再び入口側カラムエンドを取りはずし，隙間があればゲルを補充し，もう一度理論段数を測定してください．隙間を埋めても理論段数に回復が認めら

れない場合，あるいはカラムエンドを取りはずしたときに隙間が生じていない場合には，そのカラムは再生不能です．

9-2　ゲルベッドの修復

カラムに気泡が入った場合，チャネリング，片流れなどの原因により理論段数や分離能が低下します．この場合もその程度により回復の可能性がありますので以下の操作をおこなってください．

カラム内壁面とゲルベッドの間に剥離が生じている場合

4-5項を参考にしてカラムをポンプに接続してください．
（入口側カラムエンドから液がにじみ出てくればポンプに接続します．）
蒸留水を十分に脱気し，カラムに3 mL/min（Sグレード），5 mL/min（Mグレード）（室温）で亀裂がなくなるまで送液してください．このとき，カラムの出口側に背圧力（0.5 MPa）がかかるように抵抗管を取り付けて送液してください．

剥離がなくなれば理論段数を測定してください．理論段数がもとの値に比べ回復していなければ，トップオフなどの異常がないか確認してください．隙間が認められれば**9-1**②項にしたがってゲルの補充操作をおこない，再チェックして使用可能かの判断をしてください．

10．保証

現品到着時にカラムにひび割れ，破損，充てん剤（ゲル）の漏れがあった場合には2週間以内に巻末の連絡先までご連絡ください．新しいカラムと交換いたします．

本取扱説明書の内容に関して，不明な点あるいは質問等がございましたら，巻末の連絡先までご連絡ください．

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です.
HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,
BioAssist, Enantio, PStQuick,
エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,
TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427-5180　〒105-8623　東京都港区芝3-8-2
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209-1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211-5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17-1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan